

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву

(22) Заявлено 17.03.81 (21) 3261491/23-04

с присоединением заявки №

(23) Приоритет

Опубликовано 15.12.82. Бюллетень № 46

Дата опубликования описания 19.12.82

(11) 981314

THE BRITISH LIBRARY

11 APR 1983

SCIENCE REFERENCE
LIBRARY

(51) М. Кл.³

С 07 С 133/10

(53) УДК 547.495.
.9.07(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Л.Г. Матвеев, Г.Ф. Левченко, Э.А. Кудрявцева, А.М. Рудая,
И.А. Абрамов и Л.С. Шевницын

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БИКАРБОНАТА АМИНОГУАНИДИНА

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения бикарбоната амингуанидина, используемого в качестве стабилизатора фотоэмульсий, реагента в аналитической химии и полупродукта для синтетических красителей.

Известно несколько способов получения бикарбоната амингуанидина. Наиболее распространенным является способ, основанный на реакции конденсации цианамидов и гидразина (в основном гидразин-сульфата) в водной среде в присутствии оснований и выделения конечного продукта карбонатами-бикарбонатами аммония или натрия [1].

К недостаткам данного способа можно отнести необходимость использования раствора цианамидов высокой концентрации (~110 г/л), образование значительного количества побочных продуктов (в основном дициандиамида) вследствие перешелачивания реак-

ционной массы, низкое качество и выход целевого продукта.

Известен способ получения бикарбоната амингуанидина, заключающийся в том, что в реакционную зону одновременно и непрерывно подают водный раствор цианамидов (с содержанием цианамидного азота 50-80 г/л), твердый гидразинсульфат и газообразный аммиак, где поддерживают температуру 50-90°C и pH 7,2-8,5 при молярном соотношении гидразина и цианамидов 1:(1,05-1,5) и осаждение ведут бикарбонатом. Получают целевой продукт с чистотой 98,7-99,7% и выходом 80-87% по отношению к гидразину [2].

Недостаток известного способа - трудность точного одновременного дозирования твердого, жидкого и газообразного компонентов, образование сточных вод с большим количеством неорганических примесей, высокая продолжительность процесса (20-25 ч).

3

981314

4

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к изобретению является способ получения бикарбоната аминоксанидина, заключающийся во взаимодействии водного раствора цианамидов (с содержанием цианамидного азота) 34 г/л, гидразинсульфата и концентрированного раствора аммиака при мольном соотношении гидразина и цианамидов 1:2 в течение 3 ч при температуре 19-25°C под вакуумом 10-15 мм рт.ст. Затем при той же температуре в реакционную массу вводят газообразную углекислоту пока давление не поднимется до 28 атм с последующей выдержкой в течение 66 ч. Выход целевого продукта 80% [3].

Недостатками данного способа является сложность технологического процесса и аппаратного оформления, высокая продолжительность его и недостаточно высокий выход целевого продукта.

Цель изобретения - повышение выхода целевого продукта, интенсификация и упрощение процесса.

Поставленная цель достигается способом получения бикарбоната аминоксанидина, заключающимся во взаимодействии водного раствора цианамидов с гидразингидратом при мольном соотношении цианамид: гидразингидрат - (1,25-1,8):1 при непрерывной обработке реакционной массы углекислотой при температуре 80-85°C в течение 30-40 мин, а затем при температуре 35-40°C в течение часа.

Отличительной особенностью способа является использование в качестве производного гидразина гидразингидрата при мольном соотношении цианамид: гидразингидрат - (1,25-1,8):1 при непрерывной обработке реакционной массы углекислотой при температуре 80-85°C в течение 30-40 мин, а затем при температуре 35-40°C в течение часа.

При уменьшении соотношения цианамид:гидразингидрат ниже 1,25:1 выход бикарбоната аминоксанидина снижается; увеличение соотношения выше 1,8:1 нецелесообразно, поскольку увеличивается расход цианамидов без повышения выхода целевого продукта.

Проведение процесса конденсации цианамидов и гидразингидрата при 80-85°C в течение 30-40 мин и процесса выделения аминоксанидинбикарбоната

та при 35-40°C в течение часа является оптимальным по выходу конечного продукта.

Осуществление процесса получения бикарбоната аминоксанидина по предлагаемому способу позволяет: упростить технологический процесс за счет исключения применения вакуума и давления, упростить аппаратное оформление; сократить продолжительность процесса на 64 ч (с 69 ч до 5 ч), т.е. значительно интенсифицировать процесс; повысить выход целевого продукта с 80 до 95%; улучшить условия труда вследствие исключения применения твердого сырья - гидразинсульфата.

Пример 1. К водному раствору цианамидов с концентрацией 35 г/л по цианамидному азоту, содержащему 9,6 г (0,229 моль) цианамидов, при перемешивании при 30°C прибавляют 4,08 г (0,127 моль) 64%-ного водного раствора гидразингидрата. Молярное соотношение гидразина и цианамидов 1:1,80. Непосредственно после загрузки через реакционную массу барботируют углекислый газ со скоростью 2,5 л/ч, смесь нагревают до 80-85°C и при этой температуре выдерживают 35 мин. Происходит конденсация гидразингидрата с цианамидом с образованием аминоксанидина.

Далее температуру реакционной массы снижают до 35-40°C и при непрерывном токе углекислоты выделяют целевой продукт в течение часа. Прекращают подачу углекислоты, и реакционную смесь охлаждают до температуры 5°C, перемешивают в течение 3 ч и фильтруют. Осадок промывают 30 мл закипяченной водой и сушат. Получают 16,55 г бикарбоната аминоксанидина с чистотой 99,7%.

Выход продукта по отношению к гидразину 95%.

Примеры 2 и 3. При мольном соотношении цианамидов и гидразина 1,52:1 и 1,25:1 и при прочих равных условиях, которые приведены в примере 1, получают 99,5%-ной чистоты бикарбонат аминоксанидина с выходом относительно гидразина 90,5% и 85%

Формула изобретения

Способ получения бикарбоната аминоксанидина взаимодействием цианамидов с производным гидразина в водной

5

среде при повышенной температуре с
последующей обработкой полученной
реакционной массы углекислотой, о т
л и ч а ю щ и й с я тем, что, с
целью повышения выхода целевого про- 5
дукта, интенсификации и упрощения
процесса, в качестве производного гид-
разина используют гидразингидрат при
мольном соотношении цианамид: гидра-
зингидрат-(1,25-1,8):1 при непрерыв- 10
ной обработке реакционной массы уг-
лекислотой при температуре 80-85°C

981314

6

в течение 30-40 мин, а затем при
температуре 35-40°C в течение 1 ч.

Источники информации,
принятые во внимание при экспертизе

1. Методы получения реактивов и
особо чистых веществ. Сборник. М.,
НИИТЭХИМ, ИРЕА, № 4-5, с. 11-14, 1962.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 230810, кл. С 07 С 133/10, 1968.

3. Патент Германии № 689191,
кл. 120 17/04, опублик. 1940
(прототип).

Составитель В. Жидкова

Редактор Т. Парфенова
Заказ 9618/34

Техред А. Бабинев
Тираж 445

Корректор О. Билак
Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб. д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4